

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-293352

⑮ Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)12月4日

C 03 C 25/02  
C 03 B 37/12  
G 02 B 6/00  
6/44

3 5 6  
3 0 1

A 8821-4G  
A 8821-4G  
A 7036-2H  
B 7036-2H

審査請求 有 請求項の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 耐放射線性光ファイバの製造法

⑯ 特 願 平1-110799

⑰ 出 願 平1(1989)4月28日

⑱ 発 明 者 真 田 和 夫 千葉県佐倉市六崎1440番地 藤倉電線株式会社佐倉工場内  
⑱ 発 明 者 角 田 恒 巳 茨城県水戸市梅香1丁目3番地23-201  
⑲ 出 願 人 藤倉電線株式会社 東京都江東区木場1丁目5番1号  
⑲ 出 願 人 日本原子力研究所 東京都千代田区内幸町2丁目2番2号  
⑳ 代 理 人 弁理士 志賀 正武 外2名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

耐放射線性光ファイバの製造法

## 2. 特許請求の範囲

光ファイバ裸線中の残留水素ガスを加熱することによって除去し、さらにこの光ファイバ裸線の表面に水素ガスを通過させない物質で被覆層を形成することを特徴とする耐放射線性光ファイバの製造法。

## 3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は、高放射線量の被曝が予想される原子力関連設備や原子力再処理設備において使用される光ファイバケーブル等に用いられる耐放射線性光ファイバの製造法に関するものである。

「従来の技術」

高放射線量下で使用される光ケーブル等に用いられる光ファイバとしては、純粋石英コア光ファイバが用いられている。この光ファイバは、Ge

O<sub>2</sub>をドーブした通常的光ファイバと比較すると耐放射線特性がすぐれている。第2図にこのような純粋石英コア光ファイバの例を示す。この光ファイバは、純粋石英からなるコア1およびクラッド2とからなる光ファイバ裸線に変性シリコン樹脂からなる第一次被覆層3と、ナイロン等のプラスチック材料からなる第二次緩衝被覆層4とからなっている。

「発明が解決しようとする課題」

しかしながら、このような従来の耐放射線性の良い純粋石英コア光ファイバにあっても、被曝放射線量が10<sup>4</sup>R以上になると、その光ファイバ中のSiO<sub>2</sub>が放射線によって破壊されて欠陥Si-Oが生じ、これに水素ガスが反応してOH基が生成される。この時の水素ガスの発生源としては前記光ファイバの石英中に吸蔵されていたものと、第一次被覆層や第二次緩衝被覆層が放射線によって分解されて発生したものと考えられるが、ファイバ中のOH基が増加すると、このOH基による光の吸収によって1.3μm帯における光通信の

利用が不可能となる。

本発明は前記事情に鑑みてなされたもので、 $10^3$ R以上の高放射線量下で使用する光ファイバにおいてOH基の生成をおさえることによって、OH基による光の吸収をおさえ、 $10^3$ R以上の放射線量下においても $1.3\mu\text{m}$ 帯における光通信を可能にすることを目的とする。

#### 「課題を解決するための手段」

そこで本発明では、光ファイバ裸線中の残留水素ガスを加熱することによって除去し、さらにこの光ファイバ裸線の表面に水素ガスを通過させない物質で被覆層を形成することを問題解決の手段とした。

#### 「作用」

光ファイバ裸線中の残留水素ガスを加熱することによって除去し、さらにこの光ファイバ裸線の表面に水素ガスを通過させない物質で被覆層を形成することによって、 $10^3$ R以上の高放射線量下で光ファイバ中に欠損Si-Oが生じてこのSi-Oと結合する水素が前記光ファイバ中に存在し

管14aとこの不活性ガスを排気するための不活性ガス排気管14bを取り付けたものである。加熱加圧処理炉13の下段にはCVD炉16が気密を保つように設けられている。このCVD炉16は、上段の加熱加圧処理炉13内で、残留する水素ガスを除去されて不活性ガスと置換された光ファイバ裸線11の表面に炭素被膜をCVD法によって形成するためのものである。そしてこのCVD炉16は、その内部にてCVD反応を進行させて光ファイバ裸線11に炭素被膜を形成するCVD反応管17と、このCVD反応管17を加熱する発熱体18とから構成されている。このCVD反応管17の上部には、CVD反応管17へ原料化合物を供給するための原料化合物供給管17aが、下部にはCVD反応管17内の未反応ガス等を排気する排気管17bが、それぞれ取り付けられている。またこのCVD炉16の下段には、樹脂液塗布装置19および熱硬化装置20とが連続して設けられており、上記CVD炉16内で形成された炭素被膜上に保護被覆層が形成できるようになっ

ないためにOH基が生成されず、OH基による $1.3\mu\text{m}$ 帯の光の吸収がおさえられる。

以下、図面を参照して本発明の耐放射線性光ファイバの製造法を詳しく説明する。

第1図は本発明の耐放射線性光ファイバの製造法に用いられる製造装置の一例を示すもので、第1図中符号11は光ファイバ裸線である。光ファイバ裸線は、光ファイバ母材(図示せず)を紡糸炉12内で溶融紡糸したもので、光ファイバ裸線11は紡糸されるとともに、紡糸炉12の下段に気密を破らずに設けられた加熱加圧処理炉13へ送られるようになっている。この加熱加圧処理炉13は紡糸炉12内で紡糸された光ファイバ裸線11中の残留水素を不活性雰囲気中で加熱して除去し、さらにその不活性雰囲気を高圧にして前記残留水素を不活性雰囲気中のガスと置換するためのものであって、光ファイバ裸線11を加熱加圧する加熱加圧管14とこの加熱加圧管14を加熱する発熱体15とを設け、さらにこの加熱加圧管14内に不活性ガスを供給するための不活性ガス供給

ている。

上記の装置を用いて本発明の製造法に沿って耐放射線性光ファイバを製造する方法を以下に示す。

光ファイバ裸線11を紡糸炉12内で加熱して紡糸すると共に、この紡糸炉12の下段に順次設けられた加熱加圧処理炉13、CVD炉16、樹脂塗布装置19、熱硬化装置20へ送り、これらの中心軸上を所定の速度で走行するように供給する。ここで加熱加圧処理炉13においては、不活性ガス供給管14aから不活性ガスを供給しつつ発熱体15を発熱させて加熱する。加熱温度としては、 $800\sim 1200^{\circ}\text{C}$ 程度が好適である。この時、不活性ガスの供給速度と不活性ガス排気管14bからの排気量とを調節してやることによって、加熱加圧槽14内の不活性ガスの圧力を高く保つようにする。光ファイバ裸線11中に残留している水素ガスは、このような加熱加圧処理により容易に除去され不活性ガスによって置換される。また、ここで供給する不活性ガスとしては、絶乾状態の高純度ヘリウムガスが好適である。このよ

うにして残留水素を除去された光ファイバ裸線 11 は、気密を保ったまま下段の CVD 炉 16 内に挿入されて炭素被膜が形成される。原料化合物供給管 17a から炭素被膜を形成するための原料化合物を CVD 反応管 17 に供給してやると共に、発熱体 18 によって CVD 反応管 17 を加熱する。原料供給管 17a から供給する原料化合物としては、熱分解して炭素被膜を形成する化合物であれば特に限定されないが形成される炭素被膜の性状および形成速度の観点から、炭素数 15 以下の炭化水素または、ハロゲン化炭化水素が好適である。これらの原料化合物はガス状態にして供給するほか、上記不活性ガス供給管 14a へ供給したのと全く同様の不活性ガスによって希釈して供給することもできる。供給速度としては原料化合物の種類および加熱温度によって適宜選択されるが、通常は 0.2 ~ 1.0 ℓ/分程度が好適である。また発熱体 18 の加熱温度としては上記供給化合物の種類によって適宜選択されるが、通常は 400 ~ 1200 °C 程度である。こうして、CVD 炉

光ファイバ母材から光ファイバ裸線を紡糸する紡糸炉の下段に、気密を保つように加熱加圧炉と CVD 炉とを設け、さらにその下段に樹脂液塗布装置と熱硬化装置とを設けて第一図に示したと同様の耐放射線性光ファイバの製造装置を構成した。加熱加圧炉はグラファイト炉を用いた。また CVD 炉の反応管は石英管とし、電気炉(カンタル線)により加熱を行うようにした。樹脂塗布装置としては、グイスボットを用い、この中へ熱硬化性の樹脂液を熱硬化装置においてはカンタル線を用いて加熱を行った。

上記紡糸炉内に純石英からなるコア部を有する外径 20 μm の光ファイバ用母材を設置し、この光ファイバ母材を 2200 °C で加熱して 60 μm/分の紡糸速度で外径 125 μm の光ファイバに紡糸した。これと共に加熱加圧炉を 500 °C に加熱し、不活性ガス供給管から露点が -90 °C 以下の高純度ヘリウムガスを供給し、加熱加圧管内を 1.5 × 10<sup>5</sup> Pa の気圧に保つようにした。さらに CVD 炉内を 400 °C に加熱しつつ原料ガス

16 内で原料化合物が熱分解されて光ファイバ裸線 11 の表面に水素透過阻止能力を有する炭素被膜が形成される。このようにして炭素被膜が表面に形成された光ファイバ裸線 11 を下段に設置された樹脂塗布装置 19 へ導入して、ついで熱硬化装置 20 へ挿入する。樹脂塗布装置 19 では保護被覆層を形成するための熱硬化性樹脂等が光ファイバ裸線 11 の表面に塗布され、ついでこの樹脂を熱硬化装置 20 において熱処理して硬化させる。

この例では、光ファイバ裸線中の水素ガスを除去するために高温高圧の不活性ガスによってその水素と置換することを行ったが、この発明の製造法での水素除去には単に光ファイバを加熱するだけでもよく、これに限定されるものではない。

また、水素透過阻止能力を有する物質として炭素被膜を用いたが、この発明の製造法に用いられる水素透過阻止能力を有する物質としては、これに限定されるものではなく、例えば炭化ケイ素などがある。

#### 「実施例 1」

であるテトラアルキルシラン蒸気を 0.2 ℓ/分で供給した。ついで上記光ファイバ裸線を加熱加圧炉と CVD 炉内を走行させて、光ファイバ裸線の内部に残留している水素ガスを除去しさらにヘリウムガスと置換したのちに、その表面に炭素被膜を被覆した。ついでシリコン樹脂液が封入されたダイスボット内にこの光ファイバを挿通して炭素被膜上にシリコン樹脂液を塗布し、熱硬化装置内で電気炉(カンタル線)によって 300 °C に加熱して前記シリコン樹脂を硬化させてこれを保護被覆層として外径が 400 μm の光ファイバとした。

このようにして得られた光ファイバを用いて 1.3 μm 帯の光通信を行ったところ、10<sup>4</sup> R の放射線下においても OH 基による光の吸収が起こらずに通信が可能となった。

さらに 10<sup>4</sup> R の放射線下におけるまで上記光ファイバで 1.3 μm 帯における光通信が可能であり、耐放射線性を有することが確認された。

#### 「実施例 2」

加熱加圧炉を用いずに、紡糸された光ファイバ裸線を真空中でベーキングを行い、CVD炉以下の工程は実施例1と全く同様にして光ファイバを作製した。ベーキングの温度は500°Cで、真空度は $1 \times 10^{-4}$ Paであり、5分で行った。この光ファイバを用いて10<sup>4</sup>Rの放射線下で1.3 $\mu$ m帯の光通信を行ったところOH基による光の吸収が起こらずに光通信が可能であったことから、耐放射線性を有することが確認された。

#### 「発明の効果」

以上説明したように、この耐放射線性光ファイバの製造法は、光ファイバ裸線中の残留水素ガスを加熱することによって除去し、さらにこの光ファイバ裸線の表面に水素ガスを通過させない物質で被覆層を形成するものである。高放射線下で使用されて、光ファイバ内のSiO<sub>2</sub>が放射線によって破壊されて欠陥Si-Oが生じても、これと結合する水素ガスが光ファイバ内に存在しないためOH基が生成されず、OH基による光の吸収がおこらないため、10<sup>4</sup>R以上の高放射線下におい

ても、1.3 $\mu$ m帯での光通信が可能となる。

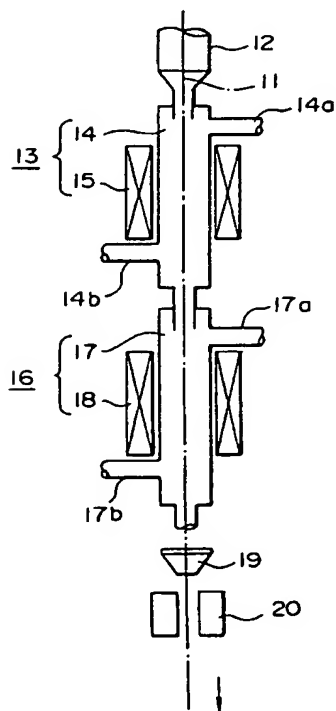
#### 4. 図面の簡単な説明

第1図はこの発明の耐放射線性光ファイバの製造装置の実施に用いられる光ファイバの製造装置の一例を示す概略構成図であり、第2図は従来の耐放射線性光ファイバの一例を示す概略断面図である。

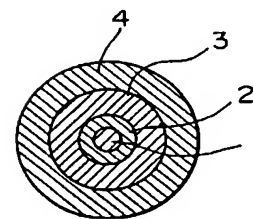
- 11・・・光ファイバ裸線
- 13・・・加熱加圧処理炉
- 14・・・加熱加圧管
- 15・・・発熱体
- 16・・・CVD炉
- 17・・・CVD反応管
- 18・・・発熱体

出願人 藤倉電線株式会社  
日本原子力研究所

第1図



第2図



手 続 補 正 書 (自発)

平成 2. 4. 19 年 月 日



特 許 庁 長 官 殿

1. 事件の表示

平成1年特許願第110799号

2. 発明の名称

耐放射線性光ファイバの製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(518) 藤倉電線株式会社  
日本原子力研究所

4. 代 理 人

東京都中央区八重洲2丁目1番5号 東京駅前ビル6階

電話 東京 275-3777 (代表)

弁理士(6490) 志 賀 正



5. 補正の対象

明細書の「発明の詳細な説明」の欄。

6. 補正の内容



ことが確認できた。

さらに放射線量を増加させても、OH基による  
伝送損失の増加は観測されず、10<sup>4</sup>Rまで安定  
して通信を行うことができた。」

(1) 明細書の第6頁第12行目に「800～1  
200℃」とあるのを「500～1200℃」に訂  
正する。

(2) 明細書の第11頁第9行目と第10行目と  
の間に以下の文章を挿入する。

「[実施例3]

光ファイバ母材の紡糸速度を70m/分、加熱  
加圧炉の温度を1100℃、圧力を1.8×10<sup>5</sup>  
Paとし、テトラアルキルシラン蒸気を0.3g/  
分で供給した以外は上記実施例1と全く同様にし  
て光ファイバ裸線表面に炭素被膜を形成した。

ついでこの炭素被膜が形成された光ファイバ裸  
線を、ウレタンアクリレート樹脂液が封入された  
グイスボット中に挿通して、炭素被膜上にウレタ  
ンアクリレート樹脂液を塗布した。この後、紫外  
線硬化装置内で水銀灯によって紫外線を照射して  
外径が300μmの光ファイバとした。

このようにして得られた光ファイバを用いて、  
10<sup>4</sup>Rの放射線下で1.3μm帯での光通信を行っ  
たところ通信が可能であり、耐放射線性を有する

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-293352

(43)Date of publication of application : 04.12.1990

(51)Int.Cl.

C03C 25/02

C03B 37/12

G02B 6/00

G02B 6/44

(21)Application number : 01-110799

(71)Applicant : FUJIKURA LTD

JAPAN ATOM ENERGY RES INST

(22)Date of filing : 28.04.1989

(72)Inventor : SANADA KAZUO

TSUNODA TSUNEMI

## (54) PRODUCTION OF RADIATION-RESISTANT OPTICAL FIBER

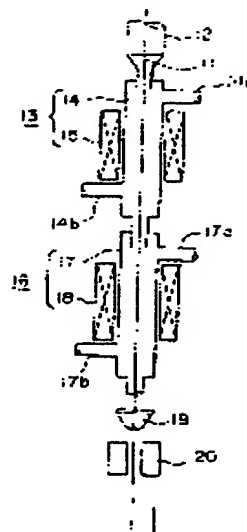
## (57)Abstract:

PURPOSE: To suppress formation of OH group under high radiation dose and to carry out communication at 1.3 $\mu$  band even under high radiation dose by removing a residual H<sub>2</sub> gas in uncoated wire of optical fiber under heating and forming a coated layer having non-permeability to H<sub>2</sub> gas on the surface of the uncoated wire.

CONSTITUTION: Uncoated wire 11 of optical fiber is spun, sent to a heating, pressurizing furnace 13 and a heating and pressurizing tube 14 kept under high pressure by supply of an inert gas from a supply pipe 14a of the furnace 13 is heated by a heating element 15.

A H<sub>2</sub> gas remaining in the uncoated wire 11 is readily eliminated by the heating and pressurizing treatment. Then, the uncoated wire 11 is inserted into a CVD furnace 16 while being kept airtight and in the furnace, a CVD reaction tube 17 to which a raw material compound for forming a carbon coating film is fed from a feed tube 17a is heated by a heating element 18 to form a carbon

coating film having H<sub>2</sub> transmission suppressing capability on the surface of the uncoated wire 11. Even if SiO<sub>2</sub> in the interior of the optical fiber is destroyed under high radiation dose to generate defect Si-O, there is no H<sub>2</sub> to bond to the defect Si-O so that no OH group is formed and absorption of light will not occur.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]